

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : **2002-092957**

(43)Date of publication of application : **29.03.2002**

(51)Int.CI.

G11B 7/24  
B32B 27/08  
C08F220/18  
C08F220/26  
C08G 65/10  
C08G 65/18  
C08J 7/04  
G11B 7/26  
// C08L101:00

(21)Application number : **2000-283414**

(71)Applicant : **MITSUI CHEMICALS INC**

(22)Date of filing : **19.09.2000**

(72)Inventor : **MIZUTA YASUSHI**

**KIKUTA YOSHIO**  
**YAMAMOTO YUGO**  
**TAKAMATSU YASUSHI**

## (54) MATERIAL OF SURFACE PROTECTING LAYER FOR OPTICAL RECORDING MEDIUM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a material of a surface protecting layer for an optical recording medium, forming the protecting layer excellent in transparency, film thickness uniformity and adhesive properties.

SOLUTION: A transparent adhesive (B) containing a cationically polymeric copolymer (B-1), a cationically polymeric monomer (B-2) and a photopolymerization initiator (B-3) is applied on one surface of a transparent film (A) to form the material of the surface protecting layer for the optical recording medium.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

**BEST AVAILABLE COPY**

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-92957

(P 2002-92957 A)

(43) 公開日 平成14年3月29日 (2002.3.29)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	マークコード	(参考)
G11B 7/24	535	G11B 7/24	535	L 4F006
	534		534	C 4F100
			534	D 4J005
B32B 27/08		B32B 27/08		4J100
C08F220/18		C08F220/18		5D029

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全11頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-283414 (P 2000-283414)

(22) 出願日 平成12年9月19日 (2000.9.19)

(71) 出願人 000005887

三井化学株式会社

東京都千代田区霞が関三丁目2番5号

(72) 発明者 水田 康司

神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井  
化学株式会社内

(72) 発明者 菊田 佳男

神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井  
化学株式会社内

(74) 代理人 100088328

弁理士 金田 暁之 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】光記録媒体用表面保護層材料

(57) 【要約】

【課題】 透明性、膜厚均一性に優れ、密着性に優れた  
保護層を形成する光記録媒体用表面保護層材料を提供す  
る。

【解決手段】 透明フィルム (A) の一方の面に  
カチオン重合性共重合体 (B-1)  
カチオン重合性モノマー (B-2)  
光重合開始剤 (B-3)  
を含有する透明接着剤 (B) が塗布されてなる光記録媒  
体用表面保護材料。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 透明フィルム(A)の一方の面にカチオン重合性共重合体(B-1)、カチオン重合性モノマー(B-2)、光重合開始剤(B-3)を含有する透明接着剤(B)が塗布されてなる光記録媒体用表面保護材料。

【請求項2】 透明接着剤(B)の硬化収縮率が3%以下であることを特徴する請求項1に記載の光記録媒体用表面保護層材料。

【請求項3】 透明フィルム(A)がポリオレフィンであることを特徴とする請求項1に記載の光記録媒体用表面保護層材料。

【請求項4】 ポリオレフィンが、環状ポリオレフィンであることを特徴とする請求項3に記載の光記録媒体用表面保護層材料。

【請求項5】 カチオン重合性共重合体(B-1)が、オキセタニル(メタ)アクリレートおよびまたはグリシ(B-1)カチオン重合性共重合体(B-2)カチオン重合性モノマー(B-3)光重合開始剤

であることを特徴とする請求項1乃至8のいずれか1項に記載の光記録媒体用表面保護層材料。

【請求項10】 請求項1乃至請求項9のいずれかに記載の光記録媒体用表面保護層材料における透明フィルム(A)を同光記録媒体用表面保護層材料における透明接着剤(B)を用いて基板に保持して得られる光記録媒体。

【請求項11】 前記基板は、支持体上に反射層、記録層が順次形成されてなり、該記録層上に前記透明フィルム(A)を透明接着剤(B)で貼り合わせ、該透明接着剤(B)を硬化させて得られる保護層とを有し、情報の記録・再生が該保護層側から行われる請求項10に記載の光記録媒体。

【請求項12】 請求項1乃至請求項9のいずれかに記載の光記録媒体用表面保護層材料の形態で前記基板に貼り合わせてなる請求項10又は11に記載の光記録媒体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、光記録媒体の記録層を保護するための材料であり、透明性、膜厚均一性および接着性に優れた光記録媒体用表面保護層材料に関する。又、本発明は、該表面保護層材料を用いて得られる光記録媒体に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、光記録メディアの中でも大容量の情報記録を可能にしたDVD(デジタル・ビデオ・ディスクまたはデジタル・バーサタイル・ディスク)が注目されており、さらに波長405nm前後の青紫光源の利用と記録層を覆う保護層を0.1mm~0.3mmと薄

ジル(メタ)アクリレートを含有したアクリル共重合体であることを特徴とする請求項1乃至4の何れか1項に記載の光記録媒体用表面保護層材料。

【請求項6】 カチオン重合性モノマー(B-2)が、分子中にオキセタン環およびまたはオキシラン環を有する化合物または混合物であることを特徴とする請求項1乃至5の何れか1項に記載の光記録媒体用表面保護層材料。

【請求項7】 カチオン重合性モノマー(B-2)中のオキシラン環を有する化合物が、脂環式エポキシ化合物、脂肪族グリシルエーテル中から選ばれる1種類以上の化合物であることを特徴とする請求項6に記載の光記録媒体用表面保護層材料。

【請求項8】 光重合開始剤(B-3)が、オニウム塩であることを特徴とする請求項1乃至7の何れか1項に記載の光記録媒体用表面保護層材料。

【請求項9】 透明接着剤(B)中の各成分の含有割合が、

6.3乃至99.5質量%、

0.2乃至3.0質量%、

0.3乃至7質量%、

くすることにより光ディスクの記憶容量を片面で20Gバイト~30Gバイトに高める技術が提案されている

(Japanese Journal Applied Physics. Vol.30 (2000))。このDVDは、従来の2枚のディスクを貼り合わせる構造とは異なり、基本的に1枚のディスクで構成されているため表面を保護する材料が必要となる。この保護層の材料の提案としては、(Japanese Journal Applied Physics. Vol.39 775-778 (2000))に①UV硬化型樹脂(大日本インキ化学工業製:「Daicure」SD645)を光ディスク上にスピンドルコート後、窒素雰囲気下でUV光を照射して保護層を形成する方法と②ポリカーボネートシートにUV硬化型樹脂(79230 EQUES Coatings)をスピンドルコート塗布

後、光ディスクに貼り合わせてUV光を照射して保護層を形成する方法が紹介されている。100±2μmの厚み精度と透明性の要求に対して、①の方法は100μmという通常のスピンドルコート法で得るには上限である膜厚での制御と膜全体をUV硬化させるため硬化収縮による歪の問題により膜厚制御が困難であることが予想される。一方②は、ポリカーボネートフィルムとの密着性が低いという問題が予想される。

【0003】 その他、従来から2枚の基板を貼り合わせるDVD用接着剤として使用されているホットメルト接着剤の使用も可能であるが、熱可塑性樹脂を使用するために接着剤塗布時に溶融させる際に加える熱による基板の変形、高温時の寸法安定性および接着性に問題がある。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、透明

性、膜厚均一性および接着性に優れた保護層を形成する光記録媒体用保護層材料、並びに該材料を用いた光記録媒体を提供することである。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは前記の課題を解決すべく、種々検討した結果、(A) 透明フィルム表面に(B-1) カチオン重合性共重合体、(B-2) カチオン重合性モノマー、(B-3) 光重合開始剤を含有する透明接着剤(B)を塗布して形成した表面保護層用材料を用いることにより、透明性、膜厚均一性、接着性に優れた保護層を形成することを可能にした。

【0006】即ち、本発明は以下の(1)乃至(11)を提供するものである。

(1) 透明フィルム(A)の一方の面に  
カチオン重合性共重合体(B-1)  
カチオン重合性モノマー(B-2)  
光重合開始剤(B-3)  
を含有する透明接着剤(B)が塗布されてなる光記録媒体用表面保護材料。

(2) 透明接着剤(B)の硬化収縮率が3%以下であることを特徴する(1)に記載の光記録媒体用表面保護層材料。

(3) 透明フィルム(A)がポリオレフィンであることを特徴とする(1)に記載の光記録媒体用表面保護層  
(B-1) カチオン重合性共重合体  
(B-2) カチオン重合性モノマー  
(B-3) 光重合開始剤

であることを特徴とする(1)乃至(8)のいずれか1項に記載の光記録媒体用表面保護層材料。

【0007】(10) 上記(1)乃至(9)のいずれかに記載の光記録媒体用表面保護層材料における透明フィルム(A)を同光記録媒体用表面保護層材料における透明接着剤(B)を用いて基板に保持して得られる光記録媒体。

(11) 前記基板は、支持体上に反射層、記録層が順次形成されてなり、該記録層上に前記透明フィルム(A)を透明接着剤(B)で貼り合わせ、該透明接着剤(B)を硬化させて得られる保護層とを有し、情報の記録・再生が該保護層側から行われる(10)に記載の光記録媒体。

(12) 上記(1)乃至(9)のいずれかに記載の光記録媒体用表面保護層材料の形態で前記基板に貼り合わせてなる(10)又は(11)に記載の光記録媒体。

【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明の透明性、膜厚均一性および接着性の優れた保護層を形成することを可能にした光記録媒体用表面保護層材料について説明する。

【0009】【光記録媒体用表面保護層材料】本願発明の光記録媒体用表面保護層材料は、(A) 透明フィルム表面に(B-1) カチオン重合性共重合体、(B-2)

材料。

(4) ポリオレフィンが、環状ポリオレフィンであることを特徴とする(3)に記載の光記録媒体用表面保護層材料。

(5) カチオン重合性共重合体(B-1)が、オキセタニル(メタ)アクリレートおよびまたはグリシジル(メタ)アクリレートを含有したアクリル共重合体であることを特徴とする(1)乃至(4)の何れか1項に記載の光記録媒体用表面保護層材料。

10 (6) カチオン重合性モノマー(B-2)が、分子中にオキセタン環およびまたはオキシラン環を有する化合物または混合物であることを特徴とする(1)乃至(5)の何れか1項に記載の光記録媒体用表面保護層材料。

(7) カチオン重合性モノマー(B-2)中のオキシラン環を有する化合物が、脂環式エポキシ化合物、脂肪族グリシジルエーテル中から選ばれる1種類以上の化合物であることを特徴とする(6)に記載の光記録媒体用表面保護層材料。

20 (8) 光重合開始剤(B-3)が、オニウム塩であることを特徴とする(1)乃至(7)の何れか1項に記載の光記録媒体用表面保護層材料。

(9) 透明接着剤(B)中の各成分の含有割合が、

63乃至99.5質量%、

0.2乃至30質量%、

0.3乃至7質量%、

カチオン重合性モノマー(B-3)光重合開始剤を含有する透明接着剤(B)が塗布された構成を有する。

30 【0010】以下、各成分に関して詳細に説明する。

【0011】<(A) 透明フィルム>本発明の透明フィルム(A)として使用可能な材料は、透明性に優れたフィルム材料であれば特に限定されず、具体的には、ポリオレフィン、ポリカーボネート、ポリメタクリル酸メチル、ポリエーテルスルホンあるいはポリエチレンテレフタレートなどが挙げられる。

【0012】なお、使用目的によっては、ポリカーボネートは剛性、耐熱性、耐熱老化性、耐衝撃性には優れているが、耐薬品性に劣り、また光学基板などに成形して用いる際には複屈折が大きく、さらに吸水率(耐水性)

も充分に小さいとはいえないという問題点がある。またポリメタクリル酸メチルは機械的性質には優れているが、耐薬品性、耐熱性、耐候性が劣るという問題点があり、ポリエチレンテレフタレートは耐熱性および機械的性質には優れているが、強酸あるいはアルカリに弱く、加水分解を受けやすいという問題点がある。ポリエーテルスルホンは、耐熱性、耐衝撃性、成型性が優れているが、透明性、複屈折、耐候性が劣るという問題点がある。

50 【0013】これらの中でも、ポリオレフィンは透明性

に優れており、特に剛性および透明性のバランスの良い点から好ましく使用でき、更に好ましくは透明性、低複屈折性、防湿性（低吸水性）、耐熱性、耐薬品性、耐溶剤性、精密成形加工性、誘電特性などの電気的性質、機械的性質、剛性のバランスに優れている嵩高い環状オレフィンから導かれる環状ポリオレフィンが使用できる。

【0014】環状オレフィンとしてはたとえば特開昭60-168708号公報、同61-120816号公報、同61-115912号公報、同61-115916号公報、同61-271308号公報、同61-272216号公報、同62-252406号公報および同62-252407号公報など記載しているもの他2、3-ジヒドロキシジシクロペンタジエン（米国特許第2883372号明細書）、あるいは5-エチリデンノルボルネンが挙げられる。

【0015】本発明で用いられる環状オレフィンは、上記環状オレフィンから導かれる単位を2種以上含有していてもよい。

【0016】本発明で用いられる環状ポリオレフィンは、上記のような環状オレフィンを用いて、たとえば特開昭60-168708号公報、同61-120816号公報、同61-115912号公報、同61-115916号公報、同61-271308号公報、同61-272216号公報、同62-252406号公報および同62-252407号公報に記載の方法に従い、それぞれ適宜条件を選択することにより製造することができる。

【0017】本発明に使用する透明フィルムは、上記のような材料を公知の成形方法により所望形状に成形することにより得られる。たとえば射出成形法、インジェクションプロー成形法、ダイレクトプロー成形法、Tダイ押出法、インフレーション法、プレス法などの成形方法によりシート状またはフィルム状に成形することができる。

【0018】透明フィルムの厚みは、50～300μmが好ましく、80～150μmが更に好ましく、特に100μm前後であることが好ましい。

【0019】〔(B) 透明接着剤〕次に透明接着剤(B)の各成分について詳細に説明する。

【0020】<(B-1) カチオン重合性共重合体>本発明に用いられる、カチオン重合性共重合体(B-1)は、オキセタン環、オキシラン環を有するアクリルモノマーを使用してポリマー中にカチオン性重合基を導入した、オキセタニル(メタ)アクリレートおよびまたはグリシジル(メタ)アクリレート等のアクリル共重合体であることが好ましい。

【0021】その他共重合可能なコポリマーとしては、これらモノマーと共重合可能であり、380乃至800nmの波長領域で吸収のない透明性の高いモノマーであれば特に限定されない。具体例としては、メチル(メ

タ)アクリレート、エチル(メタ)アクリレート、プロピル(メタ)アクリレート、ブチル(アクリレート)、2-エチルヘキシル(メタ)アクリレート、アミル(メタ)アクリレート、ヘキサデシル(メタ)アクリレート、オクタデシル(メタ)アクリレート、ブトキシエチル(メタ)アクリレート、フェノキシエチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート等を挙げることができる。これらは、単独で使用しても2種類以上組み合わせても使用することが可能である。カチオン重合性共重合体(B-1)中のオキセタニル(メタ)アクリレートおよびグリシジル(メタ)アクリレートの含有量は5質量%乃至50質量%が好ましい。5質量%以上であると硬化による凝集力の増加により十分な接着強度が得られ、50質量%以下であると硬化後の塗膜が十分に可撓性を有しており密着性が良好である。

【0022】カチオン重合性共重合体の合成方法は特に限定しないが、通常公知のラジカル溶液重合による合成を行なうことが可能である。

【0023】カチオン重合性共重合体(B-1)のガラス転位温度(以下、Tg)は、0°C以下であることが好ましく、Tgが0°C以下であると目的とする接着強度が発現できる。

【0024】また、このカチオン重合性共重合体(B-1)の分子量は、ゲルバーミエーションクロマトグラフィー(GPC)で測定したポリスチレン換算の数平均分子量で2000乃至50000が好ましい。さらに好ましくは、4000乃至30000である。数平均分子量が2000乃至50000であると良好な塗布性が得られる。

【0025】これらカチオン重合性共重合体(B-1)の使用量は、透明接着剤(B)全体に対して63質量%乃至99.5質量%であることが好ましい。使用量が63質量%以上であると硬化収縮率を低下させて膜厚の均一性と接着強度を向上させる。一方、99.5質量%以下であると硬化性を維持できる。

【0026】<(B-2) カチオン重合性モノマー>本発明に用いられるカチオン重合性モノマー(B-2)は、特に限定するものではないが、分子中にオキセタン環およびまたはオキシラン環を有する化合物または混合物であることが好ましい。オキセタン環を有する化合物の使用量は、カチオン重合性モノマー(B-2)中の5乃至80質量%であることが好ましく、10乃至50質量%が更に好ましい。使用量が5質量%以上とすることで硬化性が向上して短時間硬化を可能にする。使用量を80質量%以下とすることで高温時の接着性が向上する。オキシラン環を有する化合物の使用量は、20乃至95質量%であることが好ましく、30乃至85質量%が更に好ましい。使用量が20質量%以上であると高温時の接着性を向上させ、95質量%以下とすることで硬

40

50

化性を向上させ、短時間の硬化を可能にする。

【0027】透明接着剤（B）中におけるカチオン重合性モノマー（B-2）の使用量は、0.2乃至30質量%が好ましい。使用量が0.2質量%以上であると硬化性が高くなり、30質量%以下であると硬化前後の収縮率を低下させて接着強度を向上させる。

【0028】以下、カチオン重合性モノマー（B-2）についてさらに詳細に説明する。

【0029】〔オキセタン環を有する重合性モノマー〕本発明に用いられる、オキセタン環を有する重合性モノマーは、分子中にオキセタン環を1乃至5個有しており、380乃至800nmの波長領域で吸収を持たない化合物であれば特に限定されるものではない。

【0030】オキセタン環を1個有する重合性モノマーの具体例としては、3-エチル-3-ヒドロキシメチルオキセタン、3-(メタ)アリルオキシメチル-3-エチルオキセタン、(3-エチル-3-オキセタニルメトキシ)メチルベンゼン、4-フルオロー[1-(3-エチル-3-オキセタニルメトキシ)メチル]ベンゼン、4-メトキシ[1-(3-エチル-3-オキセタニルメトキシ)メチル]ベンゼン、[1-(3-エチル-3-オキセタニルメトキシ)エチル]フェニルエーテル、イソブトキシメチル(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、イソボルニルオキシエチル(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、イソボルニル(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、ジシクロペニタジエン(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、ジシクロペニルオキシエチル(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、ジシクロペニテルエチル(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、テトラヒドロフルフリル(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、テトラプロモフェニル(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、2-テトラプロモフェノキシエチル(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、トリプロモフェニル(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、2-トリブロモフェノキシエチル(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、2-ヒドロキシエチル(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、2-ヒドロキシプロピル(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、ブトキシエチル(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、ペンタクロロフェニル(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、ペンタブロモフェニル(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、ボルニル(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル等が挙げられる。

【0031】オキセタン環を2個有する重合性モノマー 50

の具体例としては、1,4-ビス{[(3-エチル-3-オキセタニル)メトキシ]メチル}ベンゼン、ビス{[(1-エチル)3-オキセタニル]メチル}エーテル、1,4-ビス[(3-エチル-3-オキセタニル)メトキシ]ベンゼン、1,3-ビス[(3-エチル-3-オキセタニル)メトキシ]ベンゼン、3,7-ビス(3-オキセタニル)-5-オキサノナン、1,4-ビス[(3-エチル-3-オキセタニルメトキシ)メチル]ベンゼン、1,2-ビス[(3-エチル-3-オキセタニルメトキシ)メチル]エタン、1,2-ビス[(3-エチル-3-オキセタニルメトキシ)メチル]プロパン、エチレングリコールビス(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、ジシクロペニテルビス(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、トリエチレングリコールビス(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、テトラエチレングリコールビス(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、トリシクロデカンジイルジメチレンビス(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、1,4-ビス[(3-エチル-3-オキセタニルメトキシ)メチル]ブタン、1,6-ビス[(3-エチル-3-オキセタニルメトキシ)メチル]ヘキサン、ポリエチレングリコールビス(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、EO変性ビスフェノールAビス(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、PO変性ビスフェノールAビス(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、EO変性水添ビスフェノールAビス(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、PO変性水添ビスフェノールAビス(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、EO変性ビスフェノールFビス(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル等が挙げられる。

【0032】オキセタン環を3乃至5個有する重合性モノマーの具体例としては、トリメチロールプロパントリス(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、ペンタエリスリトールトリス(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、ペンタエリスリトールテトラキス(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル、ジペンタエリスリトールペニタキス(3-エチル-3-オキセタニルメチル)エーテル等が挙げられる。

【0033】〔オキシラン環を有する重合性モノマー〕本発明に用いられる、オキシラン環を有する重合性モノマーは、分子中にオキシラン環を1乃至4個有する化合物であれば特に限定されるものではない。

【0034】オキシラン環を有する重合性モノマーについて具体例を挙げて説明する。オキシラン環(エポキシ基)を1個有する化合物としてはフェニルグリシジルエーテル、ブチルグリシジルエーテル等があり、オキシラン環(エポキシ基)を2個以上有する化合物としては、ヘキサンジオールジグリシジルエーテル、テトラエチレ

ングリコールジグリジルエーテル、トリメチロールプロパントリグリジルエーテル、ビスフェノールAジグリジルエーテル等が挙げられる。また、3, 4-エポキシシクロヘキシルメチル-3, 4-エポキシシクロヘキサンカルボキシレート、ビス-(3, 4-エポキシシクロヘキシル)アジペート等の脂環式エポキシも挙げられる。これらのカチオン重合性モノマーは単独で使用しても2種類以上組み合わせて使用しても構わない。

【0035】<(B-3)光重合開始剤>本発明の光重



(式中、カチオンはオニウムイオンであり、Wは、S、Se、Te、P、As、Sb、Bi、O、I、Br、Cl、または

【外1】



である。R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、およびR<sup>4</sup>は同一または異なる有機基であり、a、b、cおよびdはそれぞれ0~3の整数であって、(a+b+c+d)はWの価数に等しい。Mは、ハロゲン化錯体 [MX<sub>n-1</sub>] の中心原子を構成する金属またはメタロイドであり、例えば、B、P、As、Sb、Fe、Sn、Bi、Al、Ca、In、Ti、Zn、Sc、V、Cr、Mn、Co等である。Xは例えば、F、Cl、Br等のハロゲン原子であり、mはハロゲン化物錯体イオンの正味の電荷であり、nはMの原子価である。)

【0039】一般式(1)においてオニウムイオンの具体例としては、ジフェニルヨードニウム、4-メトキシジフェニルヨードニウム、ビス(4-メチルフェニル)ヨードニウム、ビス(4-tert-ブチルフェニル)ヨードニウム、ビス(ドデシルフェニル)ヨードニウム、トリフェニルスルホニウム、ジフェニル-4-チオフェノキシフェニルスルホニウム、ビス[4-(ジフェニルスルフォニオ)フェニル]スルフィド、ビス[4-(ジ(4-(2-ヒドロキシエチル)フェニル)スルホニオ)フェニル]スルフィド、η<sup>5</sup>-2, 4-(シクロペンタジエニル)[1, 2, 3, 4, 5, 6-η-(メチルエチル)ベンゼン]-鉄(1+)等が挙げられる。

【0040】一般式(1)において陰イオンの具体例としては、テトラフルオロボレート、ヘキサフルオロホスフェート、ヘキサフルオロアンチモネート、ヘキサフルオロアルセネート、ヘキサクロロアンチモネート等が挙げられる。

【0041】これらの光重合開始剤(B-3)は、1種単独あるいは2種以上を組み合わせて使用することができる。

【0042】本発明の透明接着剤(B)における(B-3)成分の含有割合は、好ましくは0.3乃至7質量%であり、更に好ましくは、0.5~4質量%である。

【0043】(B-3)成分の含有割合が0.3質量% 50

合開始剤(B-3)は、光により、(B-1)および(B-2)成分のカチオン重合を開始する化合物であれば特に限定はなく、いずれでも使用することができる。

【0036】光重合開始剤(B-3)の好ましい例としてオニウム塩を挙げることができる。このオニウム塩は、光反応し、ルイス酸を放出する化合物である。

【0037】具体的には下記一般式(1)で表わされるものである。

【0038】

以上であると、より透明接着剤(B)の硬化状況が良好となり、7質量%以下とすることにより、硬化過程および硬化後に開始剤の溶出を低減することができる。

【0044】また、本発明の透明接着剤(B)には必要に応じてその他の添加剤を使用することができる。

【0045】<他の添加剤成分>本発明の透明接着剤(B)に添加可能な材料としては、粘着性付与剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、希釈剤等が挙げられる。

【0046】(粘着付与剤)本発明に用いられる粘着性付与剤の具体例としては、例えば脂肪族系石油樹脂、脂環族系石油樹脂、芳香族系石油樹脂、ロジン系石油樹脂、テルペン系石油樹脂又は各々の水添樹脂の群より選ばれた少なくとも1種類を使用することが好ましい。

【0047】(酸化防止剤)本発明に用いられる酸化防止剤は具体的には例えば、ヒンダードフェノール系化合物、リン酸エステル系化合物等が挙げられる。酸化防止剤は熱劣化を防止する目的で添加することが可能である。

【0048】(紫外線吸収剤)本発明に用いられる紫外線吸収剤は具体的には例えば、p-tert-ブチルフェニルサリシレート等のサリチル酸系紫外線吸収剤、2-ヒドロキシ-4-オクトキシベンゾフェノン、2, 2-ジヒドロキシ-4-メトキシベンゾフェノン等のベンゾフェノン系紫外線吸収剤、2'--(2-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール、2-(2-ヒドロキシ-3-tert-ブチル-5'-メチルフェニル)-5-クロロベンゾトリアゾール、2-(2-ヒドロキシ-3, 5-ジ-tert-ブチルフェニル)ベンゾトリアゾール等のベンゾトリアゾール系の紫外線吸収剤が挙げられる。紫外線吸収剤は紫外線劣化を防止する目的で添加することが可能である。

【0049】(希釈剤)希釈剤は、塗布性付与又はその向上のために用いることができる。希釈剤としては通常有機溶剤が用いられる。この有機溶剤の物性に特に限定はないが1気圧における沸点が200℃以下の化合物または混合物が好ましく、沸点が150℃以下であることが更に好ましく、70℃以上130℃以下が更に好ましい。

【0050】これら希釈剤は単独または2種類以上を組み合わせて用いることができ、その使用量は特に限定

されず、塗布適性に応じてその量を選定する。

【0051】これら希釈剤としては、アルコール類、グリコールエーテル類、エチレングリコールエーテルアセテート類、芳香族炭化水素類、ケトン類、エステル類、エーテル類等が挙げられる。これらの化合物の具体例としては以下のものが挙げられる。

【0052】アルコール類としては例えばメタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール等が挙げられる。

【0053】グリコールエーテル類としては例えばエチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、3-メトキシブタノール、3-メチル-3-メトキシブタノール等が挙げられる。

【0054】エチレングリコールエーテルアセテート類としては例えば、エチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノブチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、3-メトキシブチルアセテート、3-メチル-3-メトキシブチルアセテート、エチルエトキシブロピオラート等が挙げられる。

【0055】芳香族炭化水素類としてはトルエン、キレン等が挙げられる。ケトン類としてはメチルエチルケトン、シクロヘキサン、4-ヒドロキシ-4-メチル-2-ペンタノン等が挙げられる。

【0056】エステル類としては酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸プロピル、酢酸ブチル、2-ヒドロキシ-2-メチルブロピオン酸メチル、2-ヒドロキシ-2-メチルブロピオニ酸エチル、ヒドロキシ酢酸メチル、ヒドロキシ酢酸エチル、ヒドロキシ酢酸ブチル、乳酸メチル、乳酸エチル、乳酸ブチル、3-ヒドロキシブロピオニ酸メチル、3-ヒドロキシブロピオニ酸エチル、3-ヒドロキシブロピオニ酸プロピル、3-ヒドロキシブロピオニ酸ブチル、2-ヒドロキシ-3-メチルブタノン酸プロピル、メトキシ酢酸メチル、メトキシ酢酸エチル、メトキシ酢酸ブチル、メトキシ酢酸エチル、エトキシ酢酸メチル、エトキシ酢酸エチル、エトキシ酢酸ブチル、エトキシ酢酸ブチル、2-メトキシブロピオニ酸メチル、2-メトキシブロピオニ酸エチル、2-メトキシブロピオニ酸プロピル、2-メトキシブロピオニ酸ブチル、2-エトキシブロピオニ酸メチル、2-エトキシブロピオニ酸エチル、2-エトキシブロピオニ酸ブチル、3-メトキシブロピオニ酸メチル、3-メトキシブロピオニ酸エチル、3-メトキシブロピオニ酸プロピル、3-メトキシブロピオニ酸ブチル、3-エトキシブロピオニ酸メチル、3-エトキシブロピオニ酸エチル、3-エトキシブロピオニ酸ブチル等が挙げられる。エーテル類としてはテトラヒドロフラン等が挙げられる。

挙げられる。

【0057】【透明接着剤（B）の調製】本発明の透明接着剤（B）は、カチオン重合性共重合体（B-1）とカチオン重合性モノマー（B-2）、光重合開始剤（B-3）、その他添加剤を均一に混合し、粘度が25°Cにおいて0.01乃至1Pa·sになるように調製する。0.01~1Pa·sの粘度範囲は、膜厚の制御を容易にしつつ塗布作業性がより効率的に実施できる。粘度範囲は、0.02~0.5Pa·sであることがより好ましい。粘度はカチオン重合性共重合体（B-1）とカチオン重合性モノマー（B-2）との割合で調整でき、希釈剤の使用も可能である。

【0058】【光記録媒体用表面保護層材料の作製方法】本発明の光記録媒体用表面保護層材料は、上記の透明フィルム（A）にコンマコーナーなどの塗布装置により上記調製された透明接着剤（B）を塗布し、必要に応じて乾燥することにより得られる。本発明の表面保護層材料は、必要に応じて接着剤側に離型紙もしくは離型フィルムにより表面を保護してシート状又はロール状の製品形態として保管並びに搬送、流通することが可能である。

【0059】【光記録媒体の形成方法】本発明の光記録媒体は、例えば、図1の模式的断面図に示すように、プリグループの形成された透明樹脂からなる支持体1上に、反射層2、記録層3、中間層4を順次形成した基板と本発明に係る透明フィルム6とを透明接着剤層7を介して貼り合わせ、硬化させて保護層5とした構造であり、情報の記録及び再生は保護層5側から行われるものである。

【0060】又、2枚のディスクを支持体側で貼り合わせて、あるいは支持体の両面に記録層等を形成して両面記録可能な媒体とすることもできる。

【0061】支持体は、例えばポリカーボネート、ポリアクリレート、ポリメタクリレート、ポリスチレン、ポリエチル、ポリオレフィン、エポキシ樹脂等の有機高分子材料、ガラスなどの無機材料等を用いることができる。特に光の透過性や耐熱性のバランスに優れ、成形の容易なポリカーボネート系樹脂がより望ましい。また環骨格を有するポリオレフィンも光学異方性が小さい、吸水性が低い、そして青紫色領域での透過性に優れるといった点から望ましい。

【0062】これら基板表面には記録位置を表す案内溝やピット、一部再生専用の情報等のためのプレピットを有していても良い。これらの案内溝やピット等は射出成形により基板を作る際に付与するのが通常とされる方法であるが、レーザーカッティング法や2P法により作製しても良い。

【0063】支持体の形状は、CD、DVD互換の光ディスクの場合、直径120mm又は80mmの円盤状で、その中心部に15mm程度の穴を設けたものが挙げ

られ、それ以外に、カード状やシート状等その他各種形状のものにも適用できる。

【0064】上記の支持体上にAu, Al, Pt, Ag, Ni等の金属やその合金を用いた反射層を設けてもよい。特に酸素や水分に安定な金を用いることが望ましい。反射層は蒸着、スパッタリング、イオンプレーティング法等によって成膜される。

【0065】反射層の膜厚は、10nm～300nm、望ましくは30nm～150nmである。

【0066】反射層上有機色素を含有する記録層を形成するが、有機色素としては、大環状アザアヌレン系色素（フタロシアニン色素、ナフタロシアニン色素、アザポルフィリン色素等）、ポリメチレン系色素（シアニン色素、メロシアニン色素、スクワリリウム色素等）、アントラキノン系色素、アズレニウム系色素、アゾ系色素、インドアニリン系色素等が挙げられる。

【0067】前記の色素を含有する記録層は、通常スピニコート、スプレーコート、ディップコート、ロールコート等の塗布方法で成膜する事が可能である。塗布に際しては、色素やレジナスバインダーその他の記録層を形成する物質を、基板にダメージを与えない溶剤に溶かして用い、塗布後乾燥する。用いられる溶剤としては、ヘキサン、ヘプタン、オクタン、デカン、シクロヘキサン等の脂肪族や脂環式炭化水素系；トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素系；ジエチルエーテル、ジブチルエーテル、テトラヒドロフラン等のエーテル系；メタノール、エタノール、イソプロパノール、テトラフルオロブロパノール、メチセルソルブ等のアルコール系；クロロホルム、ジクロルメタン、1,2-ジクロロエタン等のハロゲン化合物系等の溶剤を好ましく用いることができる。これらの溶剤は単独で用いても良いし混合しても良い。また、記録層を2層以上積層する場合は、先に塗布した層を侵さない溶媒を選択することが望ましい。

【0068】記録層を形成する方法として、真空蒸着法を用いても良い。この方法は記録層物質が溶剤に溶けにくい場合や基板にダメージを与えない溶剤が選択できない場合に有効である。

【0069】記録層の膜厚としては、10nm～300nm、望ましくは40nm～150nmである。

【0070】この金属反射層と記録層の間に層間の密着力を向上させるため、または反射率を上げるため等の目的で下引き層を設けても良い。

【0071】又、記録層と透明接着剤との間に、例えば、ポリスチレンやポリメチルメタクリレート等の有機物、SiO<sub>2</sub>等の無機物からなる層を用いることが可能である。これらは単独で用いても良いし混合しても良い。また、2種類以上を積層して使用しても構わない。

【0072】透明フィルムを貼り合わせる際は、中間層上に透明接着剤を塗布して透明フィルムを貼り合わせても良いが、好ましくは、透明フィルムに透明接着剤を予

め塗布しておいて、表面保護層材料の形態とし、これを所望の形状に切断加工した後、基板と貼り合わせるのが望ましい。例えば、O.3Pa. Sに粘度調整した透明接着剤（B）をコンマコーテーで透明フィルム上に塗布し、必要に応じて乾燥する。

【0073】透明接着剤層は1±0.5μmの厚みとなるように、塗布速度、希釈剂量により調整して塗布して表面保護層材料とする。

【0074】この様に形成された表面保護層材料を、例えば、スタンバ成型したポリカーボネート等の支持体上に反射層、記録層、所望により酸化ケイ素等の中間層を設けた光記録媒体基板に、500℃、100g/cm<sup>2</sup>で熱圧プレスをして貼り合わせを行なう。その後、透明フィルム面より高圧水銀ランプもしくはメタハライドランプを使用して任意の光量を照射する。光硬化させることにより接着性、高温高湿条件での信頼性を向上させた光記録媒体を形成する。

#### 【0075】

【実施例】以下、実施例、比較例により本発明を更に詳細に説明する。

【0076】（評価方法）以下の試験方法により評価を行った結果を表1に示す。

#### 【0077】1. 光透過性試験

膜厚100μmの透明フィルム上に80%（トルエン/メチルエチルケトン混合溶媒）溶液の透明性接着剤をコンマコーテーにより塗布する。50℃20分間で溶剤を蒸発させた後、UV光を照射して光硬化させる。得られた16μmの透明接着剤が塗布されたシートの透過率を紫外可視分光光度計にて400nm～700nm領域の透過率の測定を行った。表1には、100nm毎の透過率の値を%表示で記載した。

#### 【0078】2. 膜厚分布測定試験

膜厚100μmの透明フィルム上に5%（トルエン/メチルエチルケトン混合溶媒）溶液の透明性接着剤をコンマコーテーにより塗布する。50℃60分間で溶剤を蒸発させた後、直径12cmの円形に切り抜き、厚さ0.600mmのポリカーボネート基板に50℃の熱圧ロールにより貼り合わせを行なった後にUV光を照射して光硬化させた。得られた1μmの透明接着剤が塗布されたシートの膜厚を任意の100点で測定を行なった結果、最大値と最小値を記載した。

#### 【0079】3. 接着力試験

膜厚100μmの透明フィルム上に5%（トルエン/メチルエチルケトン混合溶媒）溶液の透明性接着剤をコンマコーテーにより塗布する。50℃60分間で溶剤を蒸発させた後、直径12cmの円形に切り抜く。一方、厚さ0.600mmのポリカーボネート基板に塗化珪素等の透明誘電体膜をスパッタリングにより形成しさらにアルミニウム膜を反射層としてスパッタリングした。アルミニウム膜と透明接着剤層を50℃の熱圧ロールにより

貼り合わせを行なった後、UV光を照射して光硬化させた。得られた光ディスクの20°C 24時間放置後、表面保護層の剥離強度を測定した結果を記載した。

【0080】4. 高温高湿試験

3の接着強度試験と同様にして貼り合わせた基板を85°C 85%の条件下で120時間放置した後の膜厚分布および接着強度変化の有無を記載した。

【0081】5. 硬化収縮率測定

透明接着剤の硬化収縮率を硬化前後の比重より算出した値を記載した。

【0082】<カチオン重合性共重合体1の合成>冷却管、2つのフィード口、温度計を備えたセパラブルフラスコにトルエン200gを仕込み窒素でバージする。攪拌下120°Cに昇温後、第1のフィード口よりパープルオクタノエイト6gとn-ドデシルメルカプタン0.4g、第2のフィード口よりグリシジルメタアクリレート40g、メチルメタクリレート40g、2-エチルヘキシルアクリレート120gの混合液をそれぞれ4時間で連続フィードする。パープルオクタノエイト1g添加後、120°Cにて3時間重合を継続してカチオン重合性共重合体1(固形分50.9%のトルエン溶液)を得た。このカチオン重合性共重合体1の数平均分子量は8000(GPC:ポリスチレン換算)、Tgは-32°C(粘弹性測定装置)であった。

【0083】<カチオン重合性共重合体2の合成>冷却管、2つのフィード口、温度計を備えたセパラブルフラスコにトルエン200gを仕込み窒素でバージする。攪拌下120°Cに昇温後、第1のフィード口よりパープルオクタノエイト6gとn-ドデシルメルカプタン0.

4g、第2のフィード口よりオキセタニルメタアクリレート40g、メチルメタクリレート40g、2-エチルヘキシルアクリレート120gの混合液をそれぞれ4時間で連続フィードする。パープルオクタノエイト1g添加後、120°Cにて3時間重合を継続してカチオン重合性共重合体1(固形分50.9%のトルエン溶液)を得た。このカチオン重合性共重合体1の数平均分子量は10000(GPC:ポリスチレン換算)、Tgは-28°C(粘弹性測定装置)であった。

10 【0084】(実施例1) カチオン重合性共重合体1

200gにメチルエチルケトン138.7gを添加し均一に混合して30%カチオン重合性共重合体1のトルエン/メチルエチルケトン溶液を得た。この溶液に3-エチル-3-ヒドロキシメチルオキセタン3g、ジフェニル-4-チオフェノキシフェニルスルホニウム2g、水添ロジンエステル(KE-100:荒川化学製)10gを褐色ガラス容器中にて攪拌混合して透明性接着剤1を得た。さらにトルエン/酢酸エチル=1/1混合溶液を添加するかまたは溶剤を留去した後トルエン/酢酸エチル=1/1混合溶液にて濃度調整した透明接着剤溶液を使用して評価1~4を実施した。結果を表1に示す。

20 【0085】(実施例2~6) 表1に示す配合組成としたこと以外は実施例1に従い組成物を得て、その評価を行った。結果を表1に示す。

【0086】(比較例1~3) 表1に示す配合組成物を実施例と比較して評価した。その結果を表1に示す。

【0087】

【表1】

		実施例						比較例			
		1	2	3	4	5	6	1	2	3	4
透明 フィルム (A)	環状ホリオレイン(*1)	○	○	○	○	—	—	○	○	○	○
	ホリカーボネット	—	—	—	—	○	—	—	—	—	—
	ホリエチレンテフラート	—	—	—	—	—	○	—	—	—	—
透明 接着 剤B 組成	カチオン重合性共重合体1	101.6	101.6	101.6	—	101.6	101.6	—	—	101.6	—
	カチオン重合性共重合体2	—	—	—	101.6	—	—	—	—	—	—
	3-エチル-3-ヒドロキシメチルオキセタン	3	3	—	3	3	3	100	100	—	—
	3,4-イソジクロヘキシルメチル-3,4-イソジクロヘキサンカルボキシレートモナー(*2)	—	—	3	—	—	—	—	—	—	—
	ウレタンジアクリレートモナー(*2)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	100
(B-3)	ジフェニル-4-オクタジフェニルメチルオキシウム	2	2	2	2	2	2	3	3	3	—
	光ラジカル開始剤(*3)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	3
評 価 結 果	粘着付与剤(*4)	—	10	10	10	10	10	15	10	10	—
	光透過性(%)	400 nm	100	100	100	95	100	100	100	100	100
		500 nm	100	100	100	98	100	100	100	100	100
		600 nm	100	100	100	100	100	100	100	100	100
		700 nm	100	100	100	100	100	100	100	100	100
膜厚分布	最大値(μm)	102.5	102.5	102.5	102.5	102.5	103	105.5	105	104.5	108
	最小値(μm)	100.5	100.5	100.5	100.5	100.5	100	97.5	98	98	94.5
接着力(g/cm)		700	800	650	600	1020	1100	80	120	240	440
高温高湿試験	膜厚分布変化	無し	無し	無し	無し	有り	有り	有り	有り	有り	有り
	接着強度変化	無し	無し	無し	無し	無し	無し	有り	有り	有り	無し
透明接着剤の硬化収縮率(%)		1.2	2.1	1.7	1.7	1.2	1.2	2.9	3.5	1.3	7.8

(\*1)「アペル」(三井化学製) (\*2)「KAYARAD UX-2201」(日本化薬(株)製) (\*3)「イルガキュア184」(アスベシリティーミル型) (\*4)「KE-100」(水添ロジンエステル、荒川化学製)

【0088】上記表から明らかなように、本願発明に係る透明接着剤（B）は従来公知の接着剤と比較して高い接着強度を有していることが分かる。又、透明フィルムとして、ポリオレフィン、特に環状ポリオレフィンを用いることにより、耐久性に優れた保護層を形成できていることが分かる。

【0089】

【発明の効果】本発明の透明接着剤（B）は、透明性、膜厚均一性に優れ、密着性に優れることで、薄い保護層を形成することが出来、高記憶容量を有するDVDの提供が可能となる。

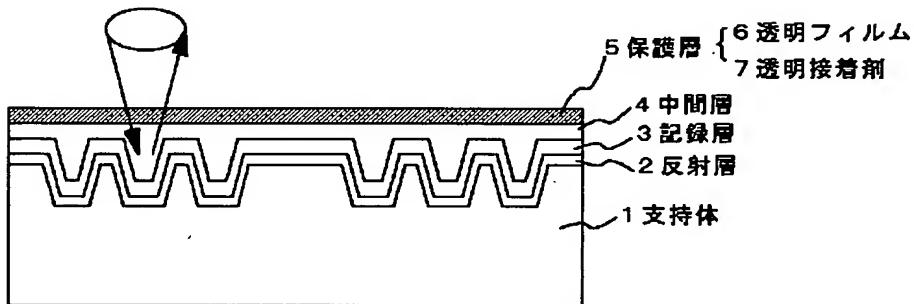
【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施形態による光記録媒体の模式的断面図である。

【符号の説明】

- 1 支持体
- 2 反射層
- 3 記録層
- 4 中間層
- 5 保護層
- 6 透明フィルム
- 7 透明接着剤層

【図1】



フロントページの続き

(51) Int. Cl.	識別記号	F I	テーマコード	(参考)
220/26		220/26	5D121	
C08G 65/10		C08G 65/10		
65/18		65/18		
C08J 7/04	CER	C08J 7/04	CER	V
	CEZ		CEZ	
G11B 7/26	531	G11B 7/26	531	
// C08L101:00		C08L101:00		

(72)発明者 山本 祐五

神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井  
化学株式会社内

(72)発明者 高松 靖

神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井  
化学株式会社内

F ターミ(参考) 4F006 AA12 AA22 AA35 AA36 AA40  
AB24 AB32 BA01 BA02 BA11  
CA01 EA03  
4F100 AK01A AK03A AK25B AK25J  
AK42 AK45 AK53B AK53J  
AK54B AK54J AL01B BA02  
CA30B CB02B GB41 JA03B  
JB12B JK06 JL12B JN01A  
JN01B YY00B  
4J005 AA04 AA07 BB01 BB02  
4J100 AL03Q AL04Q AL05Q AL08P  
AL08Q AL09Q AL10P BA02Q  
BA04Q BC43Q BC53P CA04  
DA01 DA25 JA03  
5D029 HA05 KA03 LA03 LA04 RA38  
5D121 AA04 AA07 EE28 FF03 FF13  
GG02

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**